

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

METHOD OF MEASURING SURFACE CONDITION OF SEMICONDUCTOR CRYSTAL FILM

Patent Number: JP4247637
Publication date: 1992-09-03
Inventor(s): NAKAMURA SHUJI
Applicant(s): NICHIA CHEM IND LTD
Requested Patent: JP4247637
Application Number: JP19910035460 19910204
Priority Number(s):
IPC Classification: H01L21/66; G01N21/00; H01L21/20
EC Classification:
Equivalents: JP2687742B2

Abstract

PURPOSE: To measure the surface condition of a crystal film simply and at real time irrespective of growth method.

CONSTITUTION: By measuring the light intensity of the specified wavelength radiated from a crystal film and making use of the interference of the light, the surface condition is measured from the vibration attenuating condition of the light intensity. Since the environment of vacuumization, etc., is not required to measure the surface condition of the crystal film, the surface condition of the crystal film can be known by the growth process such as MOCVD method, MBE method, etc. Moreover, the surface condition can be measured at real time without being subject to restriction on the film thickness to be measured.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

17条特許公報 - 1
公開特許公報 - 号

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平4-247637

(43)公開日 平成4年(1992)9月3日

| (51)Int.Cl. ³ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|---------|-----|--------|
| H 0 1 L 21/56 | P | 7013-4M | | |
| G 0 1 N 21/00 | B | 7370-2J | | |
| H 0 1 L 21/20 | | 9171-4M | | |

審査請求 未請求 請求項の数3(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平3-35460

(22)出願日 平成3年(1991)2月4日

(71)出願人 000226057

日亜化学工業株式会社

徳島県阿南市上中町南491番地100

(72)発明者 中村 修二

徳島県阿南市上中町南491番地100 日亜化学工業株式会社内

(74)代理人 井理士 豊栖 廣弘

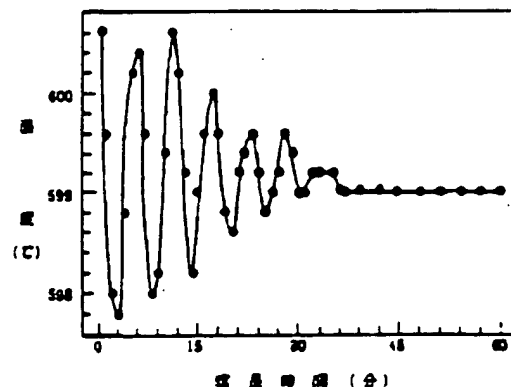
(54)【発明の名称】 半導体結晶膜の表面状態測定方法

(57)【要約】

【目的】 成長方法を問わず、簡単に、しかも、リアルタイムに結晶膜の表面状態を測定する。

【構成】 結晶膜から放射される特定波長の光強度を測定し、光の干渉を利用して、光強度の振動減衰状態から表面状態を測定する。

【効果】 結晶膜の表面状態を測定するために、真空にする等の環境が要求されないで、例えば、MOCVD法やMBE法の成長工程で結晶膜の表面状態を知ることができる。また、測定する膜厚にも制限を受けずに結晶膜の表面状態をリアルタイムに測定できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 成長工程にあるエピタキシャル結晶膜から放射される特定波長の光の強度を測定し、光の干渉現象による光強度の振動減衰状態を観測してエピタキシャル結晶膜の表面状態を測定することを特徴とする半導体結晶膜の表面状態測定方法。

【請求項2】 エピタキシャル結晶膜の下面に設けたサセプターから放射される特定波長の赤外線強度を測定して、エピタキシャル結晶膜の表面状態を測定する請求項1に記載の半導体結晶膜の表面状態測定方法。

【請求項3】 エピタキシャル結晶膜に観測光線を照射し、特定波長の観測光線の強度を測定して、エピタキシャル結晶膜の表面状態を測定する請求項1に記載の半導体結晶膜の表面状態測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、主として、窒素化合物の半導体結晶膜の表面状態を測定する方法に関し、とくに、成長過程にあるエピタキシャル結晶膜の表面状態、詳しくは表面の凹凸、および膜厚のばらつきをリアルタイムに測定できる半導体結晶膜の表面状態測定方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 基板の表面にエピタキシャル結晶膜を成長させるMOCVD法は、リアルタイムで結晶成長の状態を示す情報を得ることができない。一方、MBE装置は、高速反射電子回折法（RHEED法）が開発されて、結晶成長をリアルタイムで観測できるようになり、飛躍的に成長技術が進歩した。RHEED法は、RHEED振動を観測することによって、エピタキシャル結晶膜のある程度の表面平坦度と、膜厚とを測定できる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、RHEED法は、測定する信号強度が弱いために、測定される膜厚が数百オングストロームに制限される。それ以上の膜厚になると、測定する信号が消えて観測できなくなる。

【0004】 実際にエピタキシャル結晶膜を使用したデバイス製造する場合、たとえば、GaAs系の半導体レーザーやLEDのエピタキシャル結晶膜を、MBE法や、MOCVD法等で成長させる場合、膜厚は数ミクロン程度とする必要がある。このため、RHEED法では実用的レベルのエピタキシャル結晶膜を測定できない欠点があった。

【0005】 さらにまた、RHEED法は、真空中でエピタキシャル結晶膜に電子線を照射して、結晶状態を測定する。このため、 1×10^{-10} トール以上の高真空にして測定する必要がある。したがって、ケーシング内を高真空にできないMOCVD法においては、RHEED法でエピタキシャル結晶膜の状態を観測することはできな

【0006】 このようにこれまでの技術では、MBE法とMOCVD法の両エピタキシャル結晶成長方法において、実用レベルで、リアルタイムに結晶膜の状態を観測できる方法はなかった。

【0007】 この発明は、エピタキシャル結晶膜の成長方法を問わず、リアルタイムに膜の表面状態を測定することを目的に開発されたもので、この発明の重要な目的は、簡単な方法で、エピタキシャル結晶膜の表面状態を測定することができる半導体結晶膜の成長方法とその装置とを提供するにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】 この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法は、エピタキシャル結晶膜から放射される特定波長の光の強度を観測し、その光強度の振動減衰状態から結晶膜の表面状態を測定する。

【0009】 エピタキシャル結晶膜から放射される光は、エピタキシャル結晶膜の下面にあって、加熱されたサセプターから放射される赤外線である。この赤外線は、サファイア等の基板を通過し、さらに、エピタキシャル結晶膜を通過して観測される。エピタキシャル結晶膜を通過した赤外線強度の測定には、特定の波長の赤外線を観測できる全ての測定機を使用できる。

【0010】 また、エピタキシャル結晶膜に特定波長の観測光線を照射し、特定波長の観測光線の反射光強度を測定することもできる。観測光線には、レーザーが最適である。それは、レーザーが単一波長の光線であることが理由である。ただ、レーザー以外の光線も使用できる。観測光線が多数の波長を含む場合、単一波長の観測光線を選択してその強度を測定する。

【0011】 この発明の半導体結晶膜1の表面状態測定方法は、光強度を測定して結晶膜1の表面状態を測定する。測定原理を、図1と図2とに基づいて説明する。図1は、エピタキシャル結晶膜1を通過して放射される光の状態を示している。図2は、結晶膜から放射される光線をバイロメーターで測定した結果を示している。バイロメーターは、光線強度を測定して温度を表示する。この図は、 $0.96 \mu\text{m}$ の赤外線をバイロメーターで測定して温度を検出している。バイロメーターの測定面積は、基板上の10mm²の面積に特定した。エピタキシャル結晶膜を成長させるサファイア基板の大きさは、2インチとした。さらに、このグラフの作成において、サセプターの温度は1000℃に保持した。また、エピタキシャル結晶膜には窒化ガリウムを成長させた。

【0012】 図2において、温度は光線強度を表示する。赤外線強度が強くなると、測定温度が高く表示される。この図に示すように、エピタキシャル結晶膜から放射される光強度は、時間的に振動する。振動は結晶膜が成長するにしたがって次第に減衰する。

【0013】 エピタキシャル結晶膜1から放射される光

線を、図1の T_1, T_2, T_3, \dots で示している。この図に示すように、エピタキシャル結晶膜1の表面から放射される光は、界面で何回か反射された後外部に放出される。光線 T_1, T_2, T_3, \dots が同位相のとき、光の強度は強くなり、逆位相の時には光強度が弱くなる。光線 T_1, T_2, T_3 の位相は、エピタキシャル結晶膜1の厚さに影響を受ける。膜厚が $\lambda/4n$ の $(2m+1)$ (但し m は整数) 倍であるエピタキシャル結晶膜1の膜厚は、光線 T_1 と T_2 および T_2 と T_3 とが逆位相となるため、光の強度が弱くなる。ただし、 λ は測定光の波長、 n は屈折率である。

【0014】エピタキシャル結晶膜1の膜厚が、 $\lambda/2n$ の整数倍のときに、赤外線強度は強いピークとなる。それは、光線 T_1 と T_2 と T_3 とが同位相となるからである。また、エピタキシャル結晶膜1の膜厚が $\lambda/4n$ の $(2m-1)$ 倍 (但し m は整数) の時には、エピタキシャル結晶膜1から直接放射される赤外線 T_1 と、エピタキシャル結晶膜1の表面で反射された後に表面から放射される赤外線 T_2 および T_3 とが逆位相となるので、赤外線強度が極小となる。

【0015】したがって、図2に示すように、結晶膜から放射される光強度は、結晶膜の膜厚が $\lambda/4n$ 成長するごとに、極大から極小に、またその反対となる。結晶膜が全く同じ厚さで成長されると、図2に示す温度曲線は減衰しないで振動する。しかしながら、実際に結晶膜を成長させると表面に凹凸ができて膜厚は不均一となる。部分的に膜厚が変化すると、表面から放射される光の位相が変化する。表面の凹凸が $\lambda/4n$ となると、エピタキシャル結晶膜の表面で反射された後に表面から出てくる光 (T_1, T_2, \dots) の薄い膜厚の領域部分と、薄い膜厚の領域部分との間で、位相差が 180° となる。このため干渉が観測されなくなる。いいかえると振動しなくなる。したがって、図2において振動が減衰してなくなると、表面の凹凸は $\lambda/4n$ となったことになる。

【0016】図2は、サセプター2から放射される赤外線の放射強度を示している。図示しないが、結晶膜に上面からレーザー等の観測光線を照射しても、同じ状態で干渉が起こり、結晶膜から放射される光線強度が変化する。したがって、観測光線を結晶膜に照射して、結晶膜の表面状態を測定することも可能である。

【0017】この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法に使用できる装置の一例を図3に示す。この図に示す装置を使用して、サファイア基板3にエピタキシャル結晶膜1を成長するには、反応ガス噴射管4から NH_3 と、 H_2 に加えて、TMGガスやTMAガス等を混合した反応ガスを基板3と平行方向に流す。さらに、基板3の上面より、円錐形の副噴射管5をもって、不活性なガスとして N_2-H_2 の混合ガスを基板3に向けて垂直に流す。

【0018】サファイア基板3は、 $1000 \sim 1050^\circ C$ に加熱されたサセプター2に載せられて水平面で回転される。サセプター2は、下面の中心に垂直に固定されたシャフト6で回転される。閉鎖チャンバー7内の成長圧力は大気圧に調整する。

【0019】

【実施例】以下、この発明の実施例を図面に基づいて説明する。但し、以下に示す実施例は、この発明の技術思想を具体化する為の方法を例示するものであって、この発明の方法は、使用機器、測定条件、エピタキシャル結晶膜の種類、成長条件等を下記のものに特定するものではない。この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法は、特許請求の範囲において種々の変更を加えることができる。

【0020】半導体結晶膜1の成長方法を説明するに先だてて、その方法に使用する装置の具体例を説明する。図3に示す半導体結晶膜の成長装置は、Ga \bar{N} 、Al \bar{N} 、In \bar{N} あるいはこれ等の混晶のエピタキシャル膜を、MOCVD法で成長させる装置である。この装置は、閉鎖チャンバー7と、サセプター2と、ヒータ8と、反応ガス噴射管4と、副噴射管5と、光線センサー9とを備えている。

【0021】閉鎖チャンバー7は、ステンレスでできて、外気から遮断できる閉鎖された形状に作られている。閉鎖チャンバー7は、図示しないが、サファイア基板を出し入れする出入口が設けられている。出入口は、気密に閉塞できる蓋が取り付けられている。さらに、閉鎖チャンバー7には、内部のガスを排気する排気口が開口されている。排気口は、排気ポンプ10に連結されており、排気ポンプ10でガスを強制的に排気する構造となっている。

【0022】サセプター2は、上面が水平で、それ自体が水平面内で回転が自在にできるようになっており、閉鎖チャンバー7内に配設されている。したがって、サセプター2は、例えば半径が $30 \sim 100 \text{ mm}$ 、高さが $30 \sim 50 \text{ mm}$ の円柱状で、下面の中心に垂直のシャフト6を固定している。

【0023】サセプター2は、ヒータ8によって $1000^\circ C$ 以上に加熱される。したがって、サセプター2は耐熱性があり、しかも、加熱状態において閉鎖チャンバー7内のガスを汚染しない物質、例えば、炭素の表面を炭化炭素でコーティングした材質で作られる。

【0024】ヒータ8は、サセプター2の下側に、接近するが接触しないように配設されており、下からサセプター2を過熱する構造となっている。ヒータ8は、オンオフ、あるいは、通電電流が制御されて、サセプター2を設定温度に加熱する。ヒータ8は、サセプターに内蔵された温度センサー (図示せず) によって制御される。

【0025】温度センサーは、サセプター2が設定温度よりも低くなると、ヒータを通電し、あるいは通電電量

を増加し、反対にサセプターが設定温度よりも高くなると、通電を停止し、あるいは、通電電流を少なくする。

【0026】ヒータは、サセプターを加熱できる全ての位置に配設することができる。さらに、図示しないが、ヒータをサセプター内に設けて、サセプターと一体構造とすることも可能である。

【0027】反応ガス噴射管4は、サセプター2の上に載せられた基板3の上面に、反応ガスを噴射する。したがって、反応ガス噴射管4は、閉鎖チャンバー7を、水平ないしは多少傾斜して気密に貫通して固定されている。反応ガス噴射管4は、先端を基板3の近傍まで延長している。

【0028】反応ガス噴射管4は、水素と、アンモニアガス、トリメチルガリウム(TMG)ガスまたはトリメチルアルミニウム(TMA)ガスを、基板3の表面に向かって噴射する。

【0029】副噴射管5は、上端を閉鎖チャンバー7の突出させて、閉鎖チャンバー7の上面を気密に貫通して固定されている。副噴射管5は、上から下に向かって、水素や窒素等の不活性なガスを基板3に向けて噴射する。副噴射管5は、不活性なガスを基板3の上面に均一に吹き付けることができるように、下方に向かって開口面積が大きくなるテーパ状をしている。副噴射管5の下端開口部は、基板3の大きさにほぼ等しく設計されている。さらに、副噴射管5の下端は、基板3の上面に接近して開口される。

【0030】光検センサー9は、閉鎖チャンバー外に設けられている。光検センサー9には、エピタキシャル結晶膜から放射される特定波長の光線の強度を測定できる全てのセンサーを使用できる。特定波長の光線強度を測定する光検センサーには、単色形狭波長帯域の放射温度計が使用できる。この放射温度計は、狭い波長領域の赤外線強度を測定して、温度を検出するものである。放射温度計が測定する赤外線の波長は、0.75~3 μ mの間にある特定波長の光線に設計される。

【0031】また、光検センサーには、赤外線強度を測定するものでなく、特定波長の可視光線の強度を測定するものも使用できる。さらにまた、光検センサーは、過熱されたエピタキシャル結晶膜から放射される赤外線等の光線を検出するのに代わって、光源11からエピタキシャル結晶膜1にレーザー等の特定波長の光線を照射し、その反射光線を受光することも可能である。この場合、エピタキシャル結晶膜1に照射する光線は、レーザーのように波長の特定されたもの、あるいは、光線フィルターで特定波長の光を選別した光を使用できる。

【0032】光検センサー9は、エピタキシャル結晶膜1から放射される光線を検出する。光検センサー9とエピタキシャル結晶膜1とを連結する直線の間に副噴射管5が位置する。すなわち、図3に示すように、基板3の表面に成長されるエピタキシャル結晶膜1から放射され

る光線は、透光性を有する副噴射管5を通過して光検センサー9に到達する。

【0033】以上の装置を使用して、下記のようにして半導体結晶膜1を成長できる。

〔実施例1〕下記の工程で、サファイヤ基板の表面に窒化アルミニウムを成長させる。① 洗浄してきれいな2インチのサファイヤ基板3(C面)を、サセプター2の上にのせる。② ステンレス製の閉鎖チャンバー7を排気ポンプ10で排気して、内部をH₂で置換する。③

その後、H₂ガスを、反応ガス噴射管4と副噴射管5から閉鎖チャンバー7に供給しながら、サセプター2を1050℃まで上昇する。④ その後、この状態を10分間保持し、サファイヤ表面の酸化膜を除去してフリーニングする。⑤ 次に、基板3の反応温度を900℃まで下げて安定するまで静置する。⑥ 続いて、閉鎖チャンバー7の上部に設けられた副噴射管5から水素と窒素とを供給し、水平の反応ガス噴射管4からは、アンモニアガスと水素ガスとを供給する。副噴射管5から閉鎖チャンバー7に供給する水素ガスの流量は、5リットル/分、窒素の流量は5リットル/分とする。反応ガス噴射管4から噴射するアンモニアガスの流量は5リットル/分、水素ガスの流量は1リットル/分に調整し、この状態で、温度が安定するまで待つ。

【0034】⑦ その後、反応ガス噴射管4から、アンモニアと水素ガスに加えて、TMAガスを噴射し始める。TMAガスの流量は、3.18 $\times 10^{-4}$ モル/分とする。この状態で、成長が開始され、60分間成長させる。この成長過程において、サセプター2を5rpmで回転させる。

【0035】この工程で、基板3にエピタキシャル結晶膜1を成長させるときに、結晶膜1から放射される赤外線を、光検センサーであるパイロメーターで測定する。パイロメーターは、0.96 μ mの赤外線強度を測定する。パイロメーターが検出した、赤外線強度に相当する温度を図4に示している。この図に示すように、エピタキシャル結晶膜が成長して膜厚が増加するに従って、赤外線強度は変動する。

【0036】以上の工程と同じ成長条件に調整して、成長時間を、10分、20分、35分として3種類のサンプルを試作し、各サンプルの表面粗さを、ステッププロファイラーで測定した。その結果を図5~図7に示している。図5は10分間成長させた結晶膜の表面粗さを示し、図6は20分、図7は35分間成長させた結晶膜の表面粗さを示している。

【0037】図4は、エピタキシャル結晶膜を35分間成長させると、変動しなくなること示している。言い換えると、35分成長させると、結晶膜1の凹凸が $\lambda/4n$ となることを明示している。この式において、波長 λ は0.96 μ m、結晶膜1の屈折率 n は2.2であるから、 $\lambda/4n$ は0.11 μ mとなる。

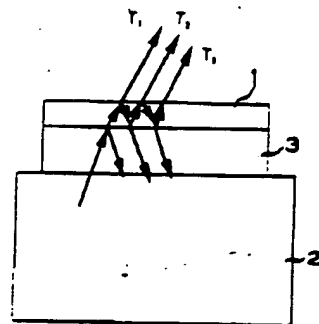
【0033】一方、図7は、結晶膜1の凹凸が約、1.5nm程度であることを示し、前記の測定結果と一致している。図4は10分、図5は20分成長させた結晶膜の表面粗さを示しているが、これ等の図は、結晶膜の凹凸が $\lambda/4n$ 以下であることを示している。すなわち、図4において、振動が減衰して振動しなくなるときの表面の凹凸は $\lambda/4n$ となることが判る。

【0039】

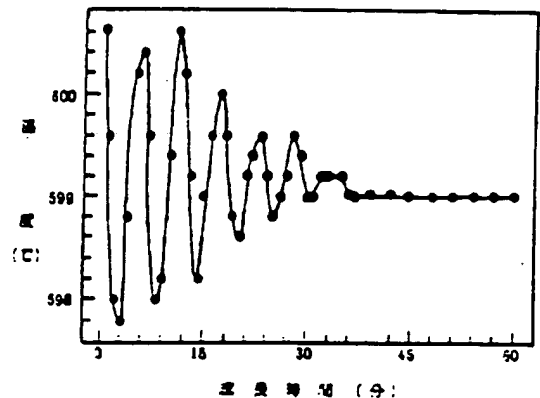
【発明の効果】この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法は、簡単な方法で、リアルタイムに結晶膜の表面粗さを測定することができる。また、結晶膜の表面状態を測定するために真空にする必要がないので、成長方法を問わず、例えば、MBE法やMOCVD法において、リアルタイムに結晶膜の凹凸および膜厚を測定することができる。このため、この発明は、エピタキシャル結晶膜を製造する工程で非常に有意義な情報を得ることができ、生産工程におけるメリットは極めて大きい。例えば、ダブルヘテロ構造のレーザーやLEDを、エピタキシャル成長によって製造する場合、各層の厚みを希望の値に調整すると共に、各層の表面粗さを知ることができ、生産上のメリットは極めて大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】



【図2】



【図1】結晶膜1から放射されるその経路を示す断面図

【図2】成長する結晶膜から放射される赤外線強度を測定して温度を表示するグラフ

【図3】エピタキシャル成長に使用する装置の一例を示す概略断面図

【図4】結晶膜から放射される赤外線強度を測定して温度を表示するグラフ

【図5】10分間成長させた結晶膜の表面粗さを示すグラフ

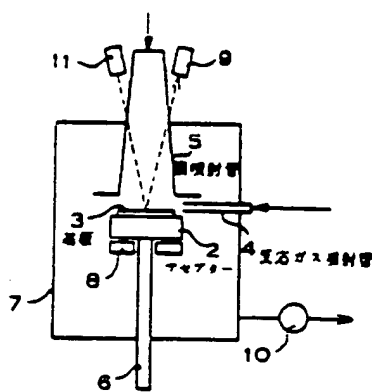
【図6】20分間成長させた結晶膜の表面粗さを示すグラフ

【図7】35分間成長させた結晶膜の表面粗さを示すグラフ

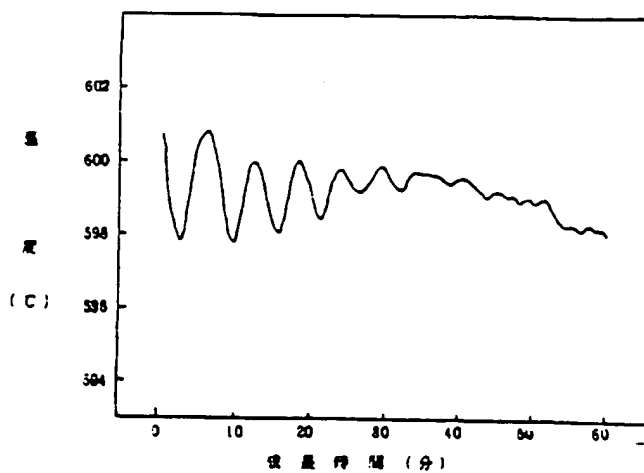
【符号の説明】

| | | |
|-----------|----------|----------|
| 1…結晶膜 | 2…サブセプター | 3…基板 |
| 4…反応ガス噴射嘴 | 5…副噴射嘴 | 6…シヤフト |
| 7…閉鎖チャンバー | 8…ヒーター | 9…光線センサー |
| 10…排気ポンプ | 11…光源 | |

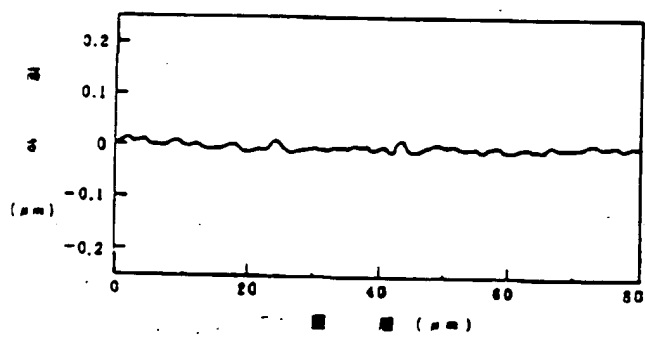
【図3】



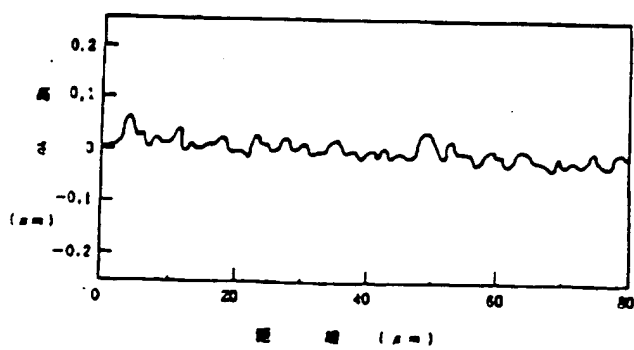
【図4】



【図5】



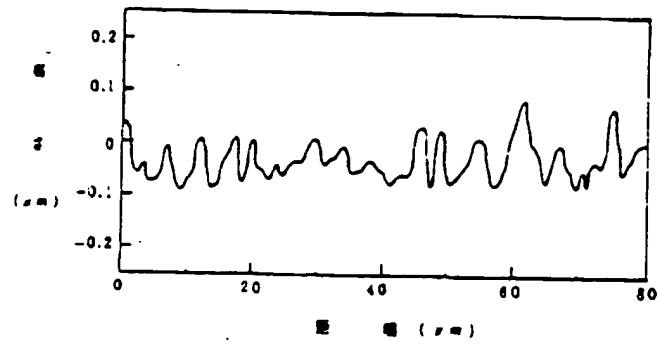
【図6】



(7)

時間 4-147.537

(圖 7)



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
【部門区分】第7部門第2区分
【発行日】平成6年(1994)11月8日

【公開番号】特開平4-247637
【公開日】平成4年(1992)9月3日
【年通号数】公開特許公報4-2477
【出願番号】特願平3-35460
【国際特許分類第5版】

H01L 21/66 P 7630-4M
G01N 21/00 B 7370-2J
H01L 21/20 8122-4M

【手続補正書】

【提出日】平成6年2月24日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】半導体結晶膜の表面状態測定方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】成長工程にあるエピタキシャル結晶膜から放射される特定波長の光の強度を測定し、光の干渉現象による光強度の振動減衰状態を観測してエピタキシャル結晶膜の表面状態を測定することを特徴とする半導体結晶膜の表面状態測定方法。

【請求項2】エピタキシャル結晶膜の下面に設けたセプターから放射される特定波長の赤外線強度を測定して、エピタキシャル結晶膜の表面状態を測定する請求項1に記載の半導体結晶膜の表面状態測定方法。

【請求項3】エピタキシャル結晶膜に観測光線を照射し、特定波長の観測光線の強度を測定して、エピタキシャル結晶膜の表面状態を測定する請求項1に記載の半導体結晶膜の表面状態測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、主として、窒素化合物の半導体結晶膜の表面状態を測定する方法に関し、とくに、成長過程にあるエピタキシャル結晶膜の表面状態、詳しくは表面の凹凸、および膜厚のばらつきをリアルタイムに測定できる半導体結晶膜の表面状態測定方法に関する。

【0002】

【従来の技術】基板の表面にエピタキシャル結晶膜を成長させるMOCVD法は、リアルタイムで結晶成長の状態を示す情報を得ることができない。一方、MBE装置は、高速反射電子回折法(RHEED法)が開発されて、結晶成長をリアルタイムで観測できるようになり、

飛躍的に成長技術が進歩した。RHEED法は、RHEED振動を観測することによって、エピタキシャル結晶膜のある程度の表面平坦度と、膜厚とを測定できる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、RHEED法は、測定する信号強度が弱いために、測定される膜厚が数百オングストロームに制限される。それ以上の膜厚になると、測定する信号が消えて観測できなくなる。

【0004】実際にエピタキシャル結晶膜を使用したデバイスを製造する場合、たとえば、GaAs系の半導体レーザーやLEDのエピタキシャル結晶膜を、MBE法や、MOCVD法等で成長させる場合、膜厚は数ミクロン程度とする必要がある。このため、RHEED法では実用的レベルのエピタキシャル結晶膜を測定できない欠点があった。

【0005】さらにまた、RHEED法は、真空中でエピタキシャル結晶膜に電子線を照射して、結晶状態を測定する。このため、 1×10^{-5} トール以上の高真空にして測定する必要がある。したがって、ケーシング内を高真空にできないMOCVD法においては、RHEED法でエピタキシャル結晶膜の状態を観測することはできない。

【0006】このようにこれまでの技術では、MBE法とMOCVD法の両エピタキシャル結晶成長方法において、実用レベルで、リアルタイムに結晶膜の状態を観測できる方法はなかった。

【0007】この発明は、エピタキシャル結晶膜の成長方法を問わず、リアルタイムに膜の表面状態を測定することを目的に開発されたもので、この発明の重要な目的は、簡単な方法で、エピタキシャル結晶膜の表面状態を測定することができる半導体結晶膜の成長方法とその装置とを提供するにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法は、エピタキシャル結晶膜から放射

される一定波長の光の強度を観測し、その光強度の振動減衰状態から結晶膜の表面状態を測定する。

〔0009〕エピタキシャル結晶膜から放射される光は、エピタキシャル結晶膜の下面にあって、加熱されたサセプターから放射される赤外線である。この赤外線は、サファイア等の基板を透過し、さらに、エピタキシャル結晶膜を透過して観測される。エピタキシャル結晶膜を透過した赤外線強度の測定には、特定の波長の赤外線を観測できる全ての測定機を使用できる。

〔0010〕また、エピタキシャル結晶膜に特定波長の観測光線を照射し、特定波長の観測光線の反射光強度を測定することもできる。観測光線には、レーザーが最適である。それは、レーザーが単一波長の光線であることが理由である。ただ、レーザー以外の光線も使用できる。観測光線が多数の波長を含む場合、単一波長の観測光線を選択してその強度を測定する。

〔0011〕この発明の半導体結晶膜1の表面状態測定方法は、光強度を測定して結晶膜1の表面状態を測定する。測定原理を、図1と図2とに基づいて説明する。図1は、エピタキシャル結晶膜1を透過して放射される光の状態を示している。図2は、結晶膜から放射される光線をパイロメーターで測定した結果を示している。パイロメーターは、光線強度を測定して温度を表示する。この図は、0.96 μ mの赤外線をパイロメーターで測定して温度を検出している。パイロメーターの測定面積は、基板上の10mm ϕ の面積に特定した。エピタキシャル結晶膜を成長させるサファイア基板の大きさは、2インチ ϕ とした。さらに、このグラフの作成において、サセプターの温度は1000 $^{\circ}$ Cに保持した。また、エピタキシャル結晶膜には窒化ガリウムを成長させた。

〔0012〕図2において、温度は光線強度を表示する。赤外線強度が強くなると、測定温度が高く表示される。この図に示すように、エピタキシャル結晶膜から放射される光強度は、時間的に振動する。振動は結晶膜が成長するにしたがって次第に減衰する。

〔0013〕エピタキシャル結晶膜1から放射される光線を、図1の T_1 、 T_2 、 T_3 ・・・で示している。この図に示すように、エピタキシャル結晶膜1の表面から放射される光は、界面で何回か反射された後外部に放出される。光線 T_1 、 T_2 、 T_3 ・・・が同位相のとき、光の強度は強くなり、逆位相の時には光強度が弱くなる。光線 T_1 、 T_2 、 T_3 の位相は、エピタキシャル結晶膜1の膜厚に影響を受ける。膜厚が $\lambda/4n$ の $(2m+1)$ （但し m は整数）倍であるエピタキシャル結晶膜1の膜厚は、光線 T_1 と T_2 および T_3 とが逆位相となるため、光の強度が弱くなる。ただし、 λ は測定光の波長、 n は屈折率である。

〔0014〕エピタキシャル結晶膜1の膜厚が、 $\lambda/2n$ の整数倍のときに、赤外線強度は強いピークとなる。それは、光線 T_1 と T_2 と T_3 とが同位相となるからで

ある。また、エピタキシャル結晶膜1の膜厚が $\lambda/4n$ の $(2m+1)$ 倍（但し m は整数）の時には、エピタキシャル結晶膜1から直接放射される赤外線 T_1 と、エピタキシャル結晶膜1の表面で反射された後に表面から放射される赤外線 T_2 および T_3 とが逆位相となるので、赤外線強度が極小となる。

〔0015〕したがって、図2に示すように、結晶膜から放射される光強度は、結晶膜の膜厚が $\lambda/4n$ 成長するごとに、極大から極小に、またその反対となる。結晶膜が全く同じ厚さで成長されると、図2に示す温度曲線は減衰しないで振動する。しかしながら、実際に結晶膜を成長させると表面に凹凸ができて膜厚は不均一となる。部分的に膜厚が変化すると、表面から放射される光の位相が変化する。表面の凹凸が $\lambda/4n$ となると、エピタキシャル結晶膜の表面で反射された後に表面から出てくる光（ T_2 、 T_3 、・・・）の薄い膜厚の領域部分と、薄い膜厚の領域部分との間で、位相差が180 $^{\circ}$ となる。このため干渉が観測されなくなる。いいかえると振動しなくなる。したがって、図2において振動が減衰してなくなると、表面の凹凸は $\lambda/4n$ となったことになる。

〔0016〕図2は、サセプター2から放射される赤外線の放射強度を示している。図示しないが、結晶膜に上面からレーザー等の観測光線を照射しても、同じ状態で干渉が起こり、結晶膜から放射される光線強度が変化する。したがって、観測光線を結晶膜に照射して、結晶膜の表面状態を測定することも可能である。

〔0017〕この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法に使用できる装置の一例を図3に示す。この図に示す装置を使用して、サファイア基板3にエピタキシャル結晶膜1を成長するには、反応ガス噴射管4から NH_3 と、 H_2 に加えて、TMGガスやTMAガス等を混合した反応ガスを基板3と平行方向に流す。さらに、基板3の上部より、円錐形の副噴射管5でもって、不活性なガスとして N_2 と H_2 の混合ガスを基板3に向けて垂直に流す。

〔0018〕サファイア基板3は、1000～1050 $^{\circ}$ Cに加熱されたサセプター2に載せられて水平面で回転される。サセプター2は、下面の中心に垂直に固定されたシャフト6で回転される。反応容器7内の成長圧力は大気圧に調整する。

〔0019〕

〔実施例〕

以下、この発明の実施例を図面に基づいて説明する。但し、以下に示す実施例は、この発明の技術思想を具体化する方法を例示するものであって、この発明の方法は、使用機器、測定条件、エピタキシャル結晶膜の種類、成長条件等を下記のものに特定するものでない。この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法は、特許請求の範囲において種々の変更を加えることができる。

【0020】半導体結晶膜1の成長方法を説明するに先だって、その方法に使用する装置の具体例を説明する。図3に示す半導体結晶膜の成長装置は、Ga₂N、Al₂N、In₂Nあるいはこれ等の混晶のエピタキシャル膜を、MOCVD法で成長させる装置である。この装置は、反応容器7と、サセプター2と、ヒータ8と、反応ガス噴射管4と、副噴射管5と、光線センサー9とを備えている。

【0021】反応容器7は、ステンレスでもって、外気から遮断できる閉鎖された形状に作られている。反応容器7は、図示しないが、サファイア基板を出し入れする出入口が設けられている。出入口は、気密に閉塞できる蓋が取り付けられている。さらに、反応容器7には、内部のガスを排気する排気口が開口されている。排気口は、排気ポンプ10に連結されており、排気ポンプ10でガスを強制的に排気する構造となっている。

【0022】サセプター2は、上面が水平で、それ自体が水平面内で回転自在にできるようになっており、反応容器7内に配設されている。したがって、サセプター2は、例えば半径が30～100mmφ、高さが30～50mmの円柱状で、下面の中心に垂直のシャフト6を固定している。

【0023】サセプター2は、ヒータ8によって1000℃以上に加熱される。したがって、サセプター2は耐熱性があり、しかも、加熱状態において反応容器7内のガスを汚染しない物質、例えば、炭素の表面を炭化窒素でコーティングした材質で作られる。

【0024】ヒータ8は、サセプター2の下側に、接近するが接触しないように配設されており、下からサセプター2を過熱する構造となっている。ヒータ8は、オンオフ、あるいは、通電電流が制御されて、サセプター2を設定温度に加熱する。ヒータ8は、サセプターに内蔵された温度センサー（図示せず）によって制御される。

【0025】温度センサーは、サセプター2が設定温度よりも低くなると、ヒータを通電し、あるいは通電電流を増加し、反対にサセプターが設定温度よりも高くなると、通電を停止し、あるいは、通電電流を少なくする。

【0026】ヒータは、サセプターを加熱できる全ての位置に配設することができる。さらに、図示しないが、ヒータをサセプター内に設けて、サセプターと一体構造とすることも可能である。

【0027】反応ガス噴射管4は、サセプター2の上に載せられた基板3の上面に、反応ガスを噴射する。したがって、反応ガス噴射管4は、反応容器7を、水平ないしは多少傾斜して気密に貫通して固定されている。反応ガス噴射管4は、先端を基板3の近傍まで延長している。

【0028】反応ガス噴射管4は、水素と、アンモニアガス、トリメチルガリウム（TMG）ガスまたはトリメチルアルミニウム（TMA）ガスを、基板3の表面に向

かって噴射する。

【0029】副噴射管5は、上端を反応容器7の外に突出させて、反応容器7の上面を気密に貫通して固定されている。副噴射管5は、上から下に向かって、水素や窒素等の不活性なガスを基板3に向けて噴射する。副噴射管5は、不活性なガスを基板3の上面に均一に吹き付けることができるように、下方に向かって開口面積が大きくなるテーパ状をしている。副噴射管5の下端開口部は、基板3の大きさにほぼ等しく設計されている。さらに、副噴射管5の下端は、基板3の上面に接近して開口される。

【0030】光線センサー9は、反応容器7外に設けられている。光線センサー9には、エピタキシャル結晶膜から放射される特定波長の光線の強度を測定できる全てのセンサーを使用できる。特定波長の光線強度を測定する光線センサーには、単色形状波長帯域の放射温度計が使用できる。この放射温度計は、狭い波長領域の赤外線強度を測定して、温度を検出するものである。放射温度計が測定する赤外線の波長は、0.75～3μmの範囲にある特定波長の光線に設計される。

【0031】また、光線センサーには、赤外線強度を測定するものでなく、特定波長の可視光線の強度を測定するものも使用できる。さらにまた、光線センサーは、過熱されたエピタキシャル結晶膜から放射される赤外線等の光線を検出するのに代わって、光源11からエピタキシャル結晶膜1にレーザー等の特定波長の光線を照射し、その反射光線を受光することも可能である。この場合、エピタキシャル結晶膜1に照射する光線は、レーザーのように波長の特定されたもの、あるいは、光線フィルターで特定波長の光を選別した光を使用できる。

【0032】光線センサー9は、エピタキシャル結晶膜1から放射される光線を検出する。光線センサー9とエピタキシャル結晶膜1とを連結する直線の間に副噴射管5が位置する。すなわち、図3に示すように、基板3の表面に成長されるエピタキシャル結晶膜1から放射される光線は、透光性を有する副噴射管5を通過して光線センサー9に到達する。

【0033】以上の装置を使用して、下記のようにして半導体結晶膜1を成長できる。【実施例1】

下記の工程で、サファイア基板の表面に窒化アルミニウムを成長させる。① 洗浄してきれいな2インチφのサファイア基板3（C面）を、サセプター2の上にのせる。② ステンレス製の反応容器7を排気ポンプ10で排気して、内部をH₂で置換する。③ その後、H₂ガスを、反応ガス噴射管4と副噴射管5から反応容器7に供給しながら、サセプター2を1050℃まで上昇する。④ その後、この状態を10分間保持し、サファイア表面の酸化膜を除去してクリーニングする。⑤ 次に、基板3の反応温度を600℃まで下げて安定するまで静置する。続いて、反応容器7の上部に設けられ

た副噴射管5から水素と窒素とを供給し、水平の反応ガス噴射管4からは、アンモニアガスと水素ガスを供給する。副噴射管5から反応容器7に供給する水素ガスの流量は、5リットル/分、窒素の流量は5リットル/分とする。反応ガス噴射管4から噴射するアンモニアガスの流量は5リットル/分、水素ガスの流量は1リットル/分に調整し、この状態で、温度が安定するまで待つ。

[0034] ⑦ その後、反応ガス噴射管4から、アンモニアと水素ガスに加えて、TMAガスを噴射し始める。TMAガスの流量は、 3.18×10^{-5} モル/分とする。この状態で、成長が開始され、60分間成長させる。この成長過程において、サセプター2を5rpmで回転させる。

[0035] この工程で、基板3にエピタキシャル結晶膜1を成長させるときに、結晶膜1から放射される赤外線、光線センサーであるパイロメーターで測定する。パイロメーターは、 $0.96 \mu\text{m}$ の赤外線強度を測定する。パイロメーターが検出した、赤外線強度に相当する温度を図4に示している。この図に示すように、エピタキシャル結晶膜が成長して膜厚が増加するに従って、赤外線強度は変動する。

[0036] 以上の工程と同じ成長条件に調整して、成長時間を、10分、20分、35分として3種類のサンプルを試作し、各サンプルの表面粗さを、ステッププロファイラーで測定した。その結果を図5～図7に示している。図5は10分間成長させた結晶膜の表面粗さを示し、図6は20分、図7は35分間成長させた結晶膜の表面粗さを示している。

[0037] 図4は、エピタキシャル結晶膜を35分間成長させると、振動しなくなること示している。いいかえると、35分成長させると、結晶膜1の凹凸が $\lambda/4n$ となることを明示している。この式において、波長 λ は $0.96 \mu\text{m}$ 、結晶膜1の屈折率 n は2.2であるから、 $\lambda/4n$ は $0.11 \mu\text{m}$ となる。

[0038] 一方、図7は、結晶膜1の凹凸が約0.1*

- | | | |
|-----------|---------|----------|
| 1…結晶膜 | 2…サセプター | 3…基板 |
| 4…反応ガス噴射管 | 5…副噴射管 | 6…シャフト |
| 7…反応容器 | 8…ヒーター | 9…光線センサー |
| 10…排気ポンプ | 11…光源 | |

* μm 程度であることを示し、前記の測定結果と一致している。図4は10分、図5は20分成長させた結晶膜の表面粗さを示しているが、これ等の図は、結晶膜の凹凸が $\lambda/4n$ 以下であることを示している。すなわち、図4において、振動が減衰して振動なくなるときの表面の凹凸は $\lambda/4n$ となることが判る。

[0039]

【発明の効果】この発明の半導体結晶膜の表面状態測定方法は、簡単な方法で、リアルタイムに結晶膜の表面粗さを測定することができる。また、結晶膜の表面状態を測定するために真空にする必要がないので、成長方法を問わず、例えば、MBE法やMOCVD法において、リアルタイムに結晶膜の凹凸および膜厚を測定することができる。このため、この発明は、エピタキシャル結晶膜を製造する工程で非常に有意義な情報を得ることができ、生産工程におけるメリットは極めて大きい。例えば、ダブルヘテロ構造のレーザーやLEDを、エピタキシャル成長によって製造する場合、各層の厚みを希望の値に調整すると共に、各層の表面粗さを知ることができ、生産上のメリットは極めて大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】結晶膜1から放射される光の経路を示す断面図

【図2】成長する結晶膜から放射される赤外線強度を測定して温度を表示するグラフ

【図3】エピタキシャル成長に使用する装置の一例を示す概略断面図

【図4】結晶膜から放射される赤外線強度を測定して温度を表示するグラフ

【図5】10分間成長させた結晶膜の表面粗さを示すグラフ

【図6】20分間成長させた結晶膜の表面粗さを示すグラフ

【図7】35分間成長させた結晶膜の表面粗さを示すグラフ

【符号の説明】